Foreign Documents Division Request Form for U.S. Serial No. <u>08/786360</u>

PTO 98-0172

S.T.I.C. Translations Branch

<u> </u>	·
Requester's Toomer Org. or Name Art Unit	(11) Office CP3-9024
Phone 308-2509 Date of Request	10-7-97 Date Needed By
PLEASE COMPLETE ONE REQUEST FOR DOCUMENT MUST BE ATTACHED FOR TI	FOR EACH DOCUMENT. A COPY OF THE RANSLATION.
Service(s) Requested: Search	Copy Translation Abstrac
Patent - Doc. No. Country/Code Pub/Date	Language
Will you accep	t an equivalent? Yes No
Article - Author Hiros	shi Toyota Language Japanese
Other - Language	Country
ocument Delivery Mode: In-hous Date	
STIC US	E ONLY
COPY/SEARCH	TRANSLATION
Processor: Date assigned: Date filled:	Date logged in: /0/8/97 PTO estimated words:
No equivalent found Equivalent found Country and document no.:	In-house Translator Assgn. Retnd. Retnd. In-house Name Priority Sent 10.9.91 Retnd. 10/29/91
REMARKS	

鮋 文

セラミック転がり軸受用 高温固体潤滑剤の開発(第2報)

---CaF₂+BaF₂と Cr₂O₃ からなる三元系固体潤滑剤--

原稿受付 1994 年 11 月 10 日 "トライポロジスト" 第 41 巻 第 2 号 (1996) 146~153

光洋精工 ㈱ 研究開発本部 (〒582 大阪府柏原市国分束条町24-1) 雄 吉 岡 武 機械技術研究所 極限技術部 (〒305 茨城県つくば市並木1-2) 徳 梅 \blacksquare 機械技術研究所 基礎技術部 上) 心 新 関 日本精工 ㈱ 総合研究所 (〒251 神奈川県藤沢市鵠沼神明1丁目5-50) 昭 兼 NTN ㈱ 軸受研究所 (〒511 三重県桑名市大字東方字尾弓田 3066) 孝 志 板 倉 粥 不二越 軸受製造所 (〒930 富山県富山市不二越本町1丁目1-1)

概要 前報で、 $CaF_z+BaF_z+Cr_zO_a$ 系固体潤滑剤の大気中高温雰囲気における潤滑特性について報告した。本報では、この固体潤滑剤について、固体潤滑剤とバインダとの混合割合および固体潤滑剤成分(CaF_z+BaF_z と Cr_zO_a)の配合割合を変化させた場合の潤滑特性について評価を行なった。その結果、この固体潤滑剤は、固体潤滑剤とバインダとの混合割合が 20:80 (vol %) で、固体潤滑剤成分の CaF_z+BaF_z と Cr_zO_a との配合割合が 50:50 (mass %) の場合に、最も優れた潤滑性能を示すことが明らかとなった。また、高温X線回折の結果より、700 $^\circ$ から 1000 $^\circ$ の温度範囲において固体潤滑剤破膜中に $BaCrO_a$ が形成され、 CaF_a との共存により優れた摩擦特性を示すことを前報に続いて確認した。

1. はじめに

前報"で、大気中 500 ℃ を超える高温雰囲気におけるセラミック転がり軸受の実用化を目標に、減圧プラズマ溶射法により形成した種々の固体潤滑剤被膜について、潤滑特性(摩擦特性、摩耗特性および移着特性)を評価・検討した結果を報告した。

著者らは、前報において優れた潤滑特性を示し

た CaF₂+BaF₂+Cr₂O₃ 系固体潤滑剤被膜について, 固体潤滑剤とバインダとの混合割合および固体潤滑剤成分の配合割合を変化させて, さらに優れた固体潤滑剤の開発を試みた.

本論文では,試作した固体潤滑剤被膜について, 転がり軸受の接触状態を模擬した保持器材料評価 試験機により摩擦特性,摩耗特性および移着特性 を評価した結果について述べる。さらに,高温往 復動摩擦摩耗試験機により室温から900℃まで

Development of Solid Lubricants for High Temperature Rolling Ceramic Bearing (Part 2)
——Ternary System Solid Lubricants Composed of CaF₂ + BaF₂ and Cr₂O₃——

By Hiroshi Toyota, Research and Development Division, Koyo Seiko Co., Ltd. (24-1, Kokubuhiganjyo-chō, Kashiwara-shi, Osaka 582), Takeo Yoshioka, Department of Advanced Machinery, Mechanical Engineering Laboratory (Namiki 1-2, Tsukuba-shi, Ibaraki 305), Kazunori Umeda, Department of Material Shience and Bioengineering, Mechanical Engineering Laboratory (ditto), Shin Niizeki, Research and Development Center, NSK Ltd. (5-50, Kugenuma-Shinmei 1-chōme, Fujisawa-shi, Kanagawa 251), Toshiaki Kaneko, Research and Development Bearing Engineering, NTN Corporation (3066, Oyumida, Higashikata, Kuwana-shi, Mie 511) and Takashi Itakura, Bearing Plant, NACHI-FUJIKOSHI Corp. (1-1, Fujikoshihonmachi 1-chōme, Toyama-shi, Toyama 930)

— 38 —

NOTICE: This material may be prefected by copyright law (Title 17, U.S. Code)

の温度範囲にお いても報告する

2. 寒験方法

2.1 固体潤滑 表 1 には潤滑 す。固体類の の 3 種類の する は コンス で 70 L×17 W> 潤滑 で 70 L×17 W> 潤滑 として、Ni 基 -0.5 Y) 粉末を

> 2.2 保持器材 固体潤滑剤部 摩擦特性, 摩剌 持器材料評価記 で評価した.

固体潤滑剤被

行なった.

保持器材料部

	表
試験片 No.	固体i 割合, CaF;
1	
2	
3	
4 5	
6	

バインダ:Ni-2:

表 2
項目
回転速度
(4
設定温度

荷重
デ

芽田気

精工 ㈱ 研究開発本部 原市国分東条町 24-1) 別 武 雄 術研究所 極限技術部 !県つくば市並木 1-2) \mathbf{H} 桁研究所 基礎技術部 (同 上) 心 本精工 粥 総合研究所 5沼神明1丁目5-50) 昭 敏 NTN 粥 軸受研究所 :東方字尾弓田 3066)

耂

↓不二越 軸受製造所 二越本町1丁目1-1)

志

骨剤被膜につい 全割合および固 せて, さらに優

司被膜について、 录持器材料評価 うよび移着特性 らに、高温往 ら900 ℃ まで

ring (Part 2)

ra-shi, Osaka 582), 1-shi, Ibaraki 305), 1), Shin Niizeki, 1) shiaki Kaneko, 1) and Takashi の温度範囲における摩擦特性を評価した結果につ いても報告する。

2. 実験方法

2.1 固体潤滑剤被膜の形成方法

表 1 に試験に供した固体潤滑剤被膜の組成を示す。固体潤滑剤としては, CaF_2 , BaF_2 , Cr_2O_3 の 3 種類の粉末を用いた。固体潤滑剤被膜を形成する試験片の母材は,前報と同様に Ni-Cr 合金 (4) (4) で製作し,試験片の形状を $70L\times17W\times14H$ (4) とした。また,固体潤滑剤だけでは試験片に付着しないのでバインダとして 4 Ni 基合金 (4) Ni 4 2 4 2 4 2 4 2 4 2 4 3

固体潤滑剤被膜の形成は,前報と同様の方法で 行なった。

2.2 保持器材料評価試験と観察・分析

固体潤滑剤被膜を転がり軸受に適用した場合の 摩擦特性, 摩耗特性および移着特性を, 前報の保 持器材料評価試験機を用いて表 2 に示す試験条件 で評価した.

保持器材料評価試験に供した固体潤滑剤被膜の

表1 固体潤滑剤被膜の組成

	24.2 24.11 14.11	
試験片 No.	固体潤滑剤成分の配合 割合, mass % CaF ₂ + BaF ₃ : Cr ₂ O ₃	固体潤滑剤とバインダ との混合割合, vol % 固体潤滑剤: バインダ
1	50:50	10:90
2	50:50	20:80
3	50:50	30:70
4	50:50	40:60
5	40:60	20:80
6	60:40	20:80

バインダ: Ni-23.2 Co-17.0 Cr-12.5 Al-0.5 Y

表 2 保持器材料評価試験条件

項目	内 容
回転速度	1 000 rpm (保持器材料試験片と転動体との滑り速度 =2.2 m/s)
設定温度	800 ℃ 炉内雰囲気温度
荷重	保持器材料試験片-転動体:4.9 N 転動体-軌道輪:200 N
雰囲気	大 気

摩擦特性、摩耗特性および移着特性の違いの原因を明らかにするため、保持器材料評価試験後の下部試験片の転がり接触部を、走査型電子顕微鏡(SEM) および X 線 マイクロアナライザ(EPMA) により観察ならびに分析を行なった。

2.3 高温往復動摩擦摩耗試験と分析

固体潤滑剤被膜の広い温度範囲(室温~900 ℃)における摩擦特性を、前報の高温往復動摩擦 摩耗試験機を用いて評価した。

試験は、前報と同じ条件で行なった。摩擦係数の測定は、昇温時および降温時の各温度(100℃間隔)で摩擦係数が安定した後に行なった。

広い温度範囲にわたって良好な潤滑特性を示した固体潤滑剤被膜について、その被膜中における 固体潤滑剤の存在形態を高温 X 線回折 (High Temperature X Ray Diffraction) により確認した。

3. 実験結果と考察

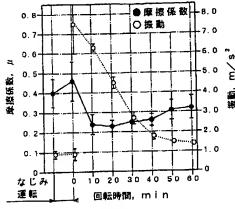
3.1 保持器材料評価試験結果

図1は、表1に示した固体潤滑剤被膜の摩擦係数および振動の経時変化である。これらは、①固体潤滑剤成分(CaF2+BaF2、Cr2O3)の配合割合を50:50 (mass %) で一定とし、固体潤滑剤をバインダとの混合割合を変えた固体潤滑剤被膜(試験片 No. 1, 2, 3, 4) の場合と、②固体潤滑剤をバインダとの混合割合を20:80 (vol %) で一定とし、固体潤滑剤成分の配合割合を変えた固体潤滑剤被膜(試験片 No. 2, 5, 6) の場合とを示している。

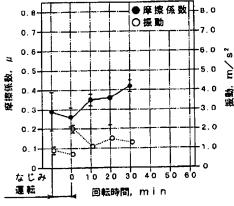
①については、図1(b)の試験片 No.2では、 摩擦係数はなじみ運転時に低下し、本試験開始時 点から0.2程度の値で経時的に安定していた. 振 動は本試験開始時点から1.5 m/s²程度の値で経 時的に安定していた。

これに対し図1(a)の試験片No.1では、摩擦係数はなじみ運転時には低下せず本試験開始後に低下し0.25程度の値となり、その後徐々に高くなる傾向を示した、振動は本試験開始直後7.5 m/s² と高くなったが、その後徐々に低下し1.5 m/s² 程度の値で安定した.

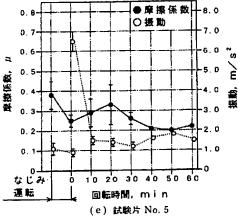
図1(c)の試験片 No.3では、摩擦係数はなじ



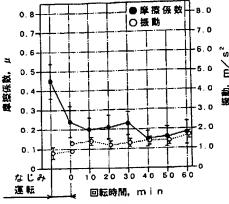
(a) 試験片 No. 1 固体潤滑剤: バインダ=10:90 (vol %) CaF₂ + BaF₂: Cr₂O₃=50:50 (mass %)



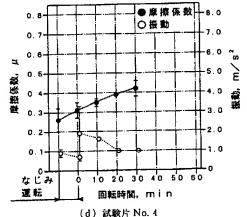
(c) 試験片 No. 3 固体潤滑剤: バインダ=30:70 (vol %) CaF_z + BaF_z: Cr_zO₅=50:50 (mass %)



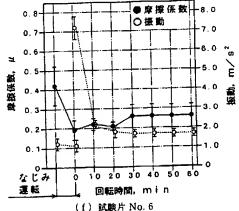
固体潤滑剤: バインダ=20:80 (vol %) CaF₂ + BaF₂: Cr₂O₃=40:60 (mass %)



(b) 試験片 No. 2 国体潤滑剤: バインダ=20:80 (vol %) CaF₂ + BaF₂: Cr₂O₈=50:50 (mass %)



(d) 試験庁 NO. 4 固体潤滑剤:バインダ=40:60 (vol %) CaF₂ + BaF₂: Cr₂O₃=50:50 (mass %)



固体潤滑剤:パインダ=20:80 (vol %) CaF_z + BaF_z: Cr₂O₃=60:40 (mass %)

図1 保持器材料評価試験結果

以上から、(



vol %) nass %)



ol %) ass %)



1 %) is %) み運転時に低下したが、本試験開始後徐々に高くなり 0.35 程度の高い値で安定した。振動は本試験開始後に高くなったが、すぐに低下し1 m/s²程度の値で安定した。

図1(d)の試験片 No. 4では、摩擦係数はなじみ運転時から徐々に高くなり続け、本試験開始後0.42程度の高い値で安定した。振動は本試験開始後に高くなったが、すぐに低下し1m/s²程度の値で安定した。なお、試験片 No. 3と No. 4については、摩擦係数が0.4を超えた時点で試験を打ち切った。

以上から、①においては、試験片 No. 2 の固体 潤滑剤被膜が最も優れた潤滑特性を示すことが明 らかとなった。

次に②については、図1(e)の試験片 No.5では、摩擦係数はなじみ運転時に低下したが安定せず、本試験開始後再び高くなり最終的に0.2程度の値で安定した。振動は本試験開始後に6.5 m/s²と高くなったがすぐに低下し1.5 m/s²程度の値で安定した。

図1(f)の試験片 No.6では、摩擦係数はなじみ運転時に低下したが本試験開始後徐々に高くなり 0.25程度で安定した、振動は本試験開始後に7.2 m/s² と高くなったが、すぐに低下し1.8 m/s² 程度で安定した。

以上から、②においても試験片 No. 2 の固体潤滑剤被膜が最も優れた潤滑特性を示すことが明らかとなった。

これらから、固体潤滑剤とバインダとの混合割合については、混合割合を20:80 (vol%) にした場合に摩擦係数および振動とも低く安定していること、固体潤滑剤成分の配合割合については、配合割合を50:50 (mass%) にした場合に摩擦係数および振動とも低く安定していることが明らかとなった。

3.2 保持器材料評価試験結果の考察

図2は、表1に示した固体潤滑剤被膜の摩擦係数および振動の平均値と、それぞれの固体潤滑剤被膜に対応した下部試験片の転がり接触部の摩耗量測定結果をまとめて示している。摩耗量は転がり接触部中央部の摩耗深さである。なお、図2の試験片No.3とNo.4の摩耗量は試験時間30分

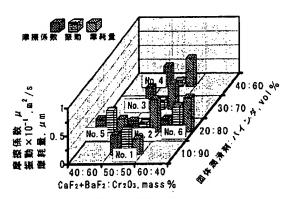


図2 保持器材料評価試験結果まとめ

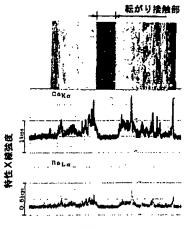
間の値であり、他の試験片の摩耗量は試験時間 60分間のものである。図3は、表1の固体潤滑 剤被膜に対応した下部試験片の転がり接触部の SEM 像と EPMA による分析結果である。

図2より、固体潤滑剤被膜の摩擦係数および上部試験片と下部試験片との転がり接触部で発生する振動は、固体潤滑剤とバインダとの混合割合が20:80 (vol%)、固体潤滑剤成分の配合割合が50:50 (mass%) の場合に最も良好な結果を示すことがわかる。

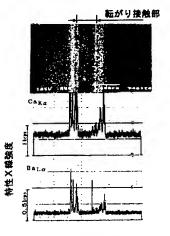
この理由として、図3より、それぞれの固体潤滑剤被膜に対応した下部試験片中、固体潤滑剤とパインダとの混合割合が20:80 (vol%)の試験片 No.2と No.5 に対応した下部試験片の転がり接触部に移着膜が認められること、ならびに固体潤滑剤成分の配合割合が50:50 (mass %)の試験片 No.2 の移着膜中に固体潤滑剤が多く存在しかつ一様に分布していることが考えられた。

次に、図2と図3から摩耗量について考察する. 試験片 No. 3と No. 4の試験時間が30分であったことを考慮すると、固体潤滑剤とバインダとの混合割合を変化させた場合では、固体潤滑剤の混合割合が増加するに従い摩耗量が増加する傾向が認められる。また、固体潤滑剤成分の配合割合を変化させた場合では、Cr₂O₃の配合割合が増加するに従い摩耗量の減少および転がり接触部に移着膜が残存する傾向が認められる。

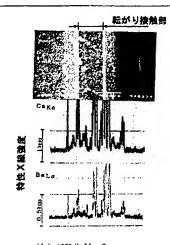
この理由として、被膜中の固体潤滑剤の混合割合が増加するに従い被膜が脆くなり摩耗しやすくなって、移着しても短時間で潤滑膜が消耗し、下



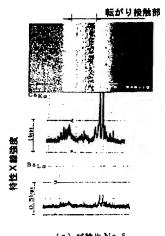
(a) 試験片 No. 1 掲体調滑剤: バインダ=10:90 (vol %) CaF₁ + BaF₂: Cr₂O₃=50:50 (mass %)



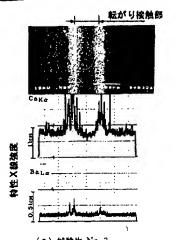
(d) 試験片 No. 4 固体調料剤: バインタ=40:60 (vol %) CaF, + BaF,: Cr₂O₂=50:50 (mass %)



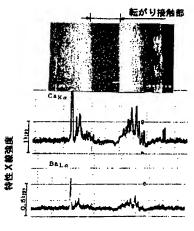
(b) 試験片 No. 2 関体調滑剤: バインダ=20:80 (vol %) CaF₂ + BaF₄: Cr₂O₄=50:50 (mass %)



(e) 試験片 No. 5 固体間滑剤: バインダ=20:80 (vol%) CaF₂ + BaF₂: Cr₂O₃=40:60 (mass%)



(c) 試験片 No. 3 固体調滑剤: バインダ=30:70 (vol %) CaF₁+BaF₁: Cr₂O₃=50:50 (mass %)

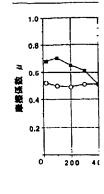


(f)試験片 No. 6 固体潤滑剤: バインダ=20:80 (vol%) CaF₂+BaF₂: Cr₂O₃=60:40 (mass%)

図3 SEM 観察結果および EPMA による成分分析結果

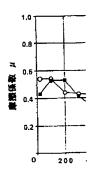
部試験片の摩耗量が多くなったと考えられた.一方,固体潤滑剤成分の配合割合については,固体潤滑剤成分中の Cr₂O₃ の増加に従い被膜が移着しやすくなるため、Cr₂O₃ の増加に対して下部試験片の転がり接触部における移着膜の残存が多くなり、移着膜の潤滑により摩耗量が減少したと考えられた.なお、すべての試験片に対応する上部試験片には移着膜が存在し摩耗は認められなかった。

3.3 高温 往復動 摩擦 摩耗 試験 結果と 考察 図 4 は、それぞれの固体潤滑剤被膜の温度に対 する摩擦係数の変化である。これらは、①固体潤滑剤成分の配合割合を50:50 (mass %) で一定とし、固体潤滑剤とバインダとの混合割合を変えた固体潤滑剤被膜(試験片 No. 1, 2, 3, 4) の場合と、②固体潤滑剤とバインダとの混合割合を20:80 (vol %) で一定とし、固体潤滑剤成分の配合割合を変えた固体潤滑剤被膜(試験片 No. 2, 5, 6) の場合とを示している。図5は、それぞれの固体潤滑剤被膜の試験後の摩耗量測定結果をまとめ示してある。摩耗量は摩耗こんの両端部と中央部の摩耗深さの平均値で示してある。



μη Αν.

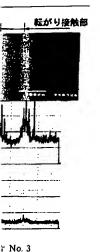
(a) j 同体制滑剤: バイ CaF, + BaF,: Ci



(d) 固体製造剤: パン CaF₂ + BaF₂: C



図5 高温往復 摩耗量

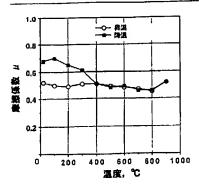


=30 : 70 (vol %) 50 : 50 (mass %)

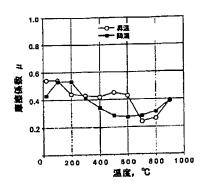


سسسسالس

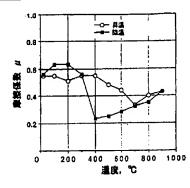
No. 6 = 20 : 80 (vol %) i0 : 40 (mass %)



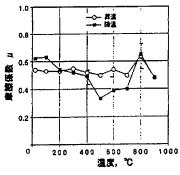
(a) 試験片 No. 1 固体調消剤: バインダ=10:90 (vol %) CaF₁ + BaF₁: Cr₂O₁=50:50 (mass %)



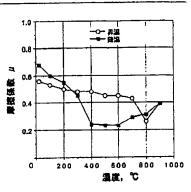
(d) 試験片 No. 4 圏体潤滑剤: パインタ=40:60 (vol %) CaF₂ + BaF₃: Cr₂O₃=50:50 (mass %)



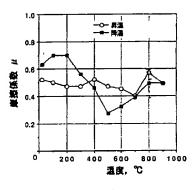
(b) 試験片 No. 2 固体潤滑剤: パインダ=20:80 (vol %) CaF₁ + BaF₂: Cr₂O₃=50:50 (mass %)



(e) 試験片 No. 5 関体調滑剤: バインダ=20:80 (vol %) CaF₁ + BaF₁: Cr₂O₁=40:60 (mass %)



(c) 試験片 No. 3 固体潤滑剤: バインダ=30:70 (vol %) CaF₂+BaF₄: Cr₂O₅=50:50 (mass %)



(f) 試験片 No. 6 関体調滑剤: バインダ=20:80 (vol%) CaF₂+BaF₂: Cr₂O₃=60:40 (mass %)

図 4 高温往復動摩擦摩耗試験結果

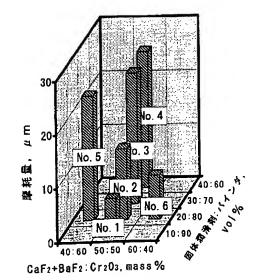


図 5 高温往復動摩擦摩耗試験後の固体潤滑剤被膜の 摩耗量

図4より、①については、図4(b)、(c)、(d)の試験片 No. 2、3、4で、昇温時の700℃から800℃、および、降温時の800℃から400℃の温度範囲で摩擦係数が低下したが、図4(a)の試験片 No. 1では、昇温時および降温時とも摩擦係数は低下しなかった。この理由として、試験片 No. 2、3、4の被膜中には潤滑に必要な固体潤滑剤が十分存在したが、試験片 No. 1の被膜中には固体潤滑剤の量が少なかったと考えられた。

②については、図4(e)、(f)の試験片 No.5 と No.6では、降温時の700℃から500℃の温度範囲でのみ摩擦係数が低下した。

以上の結果から、固体潤滑剤の混合割合を 20 vol %以上にした場合、被膜中に固体潤滑剤が存在し、温度に対する摩擦係数の低下が認められること、また、固体潤滑剤成分の配合割合を 50:

被膜において、

低下し、また、

50:50 (mass)

も低く安定した

被膜中の固体潜

滑剤成分中の(

い被膜が摩耗し

(4) 高温X級

固体潤滑剤被驅

P.9

50 (mass %) にした場合、摩擦係数の低下する 温度範囲が最も広いことが明らかとなった。

図5より、固体潤滑剤被膜中の固体潤滑剤の混合割合、また、固体潤滑剤成分中の Cr₂O₃ の配合割合が増加するに従い被膜の摩耗量が増加することが明らかとなった。

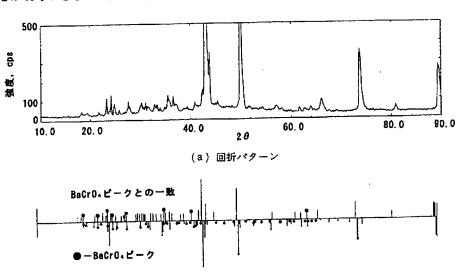
次に、摩擦係数の低下する温度範囲と、潤滑に寄与していると考えられる物質(BaCrO。)が被膜中に形成される温度との関係を明らかにするため、試験片 No.2 と同時に形成され、高温往復動摩擦摩耗試験に供されていない固体潤滑剤被膜について、温度に対する被膜中の固体潤滑剤の存在形態を高温X線回折により室温から 970 ℃ まで100 ℃ ことに分析した。図 6 には、700 ℃ 以上(970 ℃) での分析結果を示す。

分析の結果から、室温から600℃までの温度 範囲では被膜中の固体潤滑剤の存在形態に特に変 化は認められないが、700℃以上においてそれま で被膜中に存在しなかった BaCrO4が形成され ることが明らかとなった。これより、昇温時の 700℃から降温時の400℃までの温度範囲にお いて摩擦係数が低下する試験結果と被膜中での BaCrO4の形成の間に相関性が存在し、前報で述 べたように CaF2との共存により優れた摩擦特性 を示すことが明らかとなった。なお、300℃以下 で摩擦係数が増加した理由については、すでに前 報で述べた。

4. まとめ

減圧プラズマ溶射法により形成した固体潤滑剤 被膜において、固体潤滑剤とバインダとの混合割 合および固体潤滑剤成分の配合割合を変えた場合 について、その摩擦特性、摩耗特性ならびに移着 特性を評価した結果、以下のことが明らかとなっ た

- (1)保持材料評価試験の結果では、固体潤滑剤とバインダとの混合割合が20:80 (vol%)、固体潤滑剤成分の配合割合が50:50 (mass%)の固体潤滑剤被膜が、セラミック転がり軸受用固体潤滑剤として最も優れた摩擦特性、摩耗特性および移着特性を示すことがわかった。
- (2) 走査型電子顕微鏡による観察およびX線マイクロアナライザによる分析の結果,固体潤滑剤とバインダとの混合割合が20:80 (vol%),固体潤滑剤成分の配合割合が50:50 (mass%)の固体潤滑剤被膜の場合に,下部試験片の転がり接触部の移着膜中に存在する固体潤滑剤量が多く,また,一様に分布していることが明らかとなった.
- (3) 高温往復動摩擦摩耗試験の結果では、固体 潤滑剤の混合割合が20 vol %以上の固体潤滑剤



(b) 観察ピークと BaCrO。ピークとの照合結果

図 6 700 ℃ 以上で BaCrO. の生成が確認された高温 X 線回折結果

ては、すでに前

した固体潤滑剤 ンダとの混合割 合を変えた場合 生ならびに移着 が明らかとなっ

は, 固体潤滑剤 i0 (vol %), 固) (mass %) の がり軸受用固体 摩耗特性およ

90.0

被膜において、摩擦係数が広い温度範囲において低下し、また、固体潤滑剤成分の配合割合を50:50 (mass %) にした場合に、摩擦係数は最も低く安定した値を示すこと、また、固体潤滑剤被膜中の固体潤滑剤の混合割合、および、固体潤滑剤成分中の Cr₂O₃ の配合割合が増加するに従い被膜が摩耗しやすくなることがわかった。

(4) 高温X線回折の結果, 700 ℃ 以上の温度で, 固体潤滑剤被膜中に BaCrO, が形成されること, ならびに摩擦係数が低下することと被膜中での BaCrO。の形成の間に相関性が存在し、CaF₂と の共存により優れた摩擦特性を示すことが明らか となった。

文 献

1) 新関 心・吉岡武雄・水谷八郎・豊田 泰・橋本孝信: トライポロジスト, 40, 12 (1995) 1037.